

# Procédé et dispositif de caractérisation d'un fluide

La présente invention est relative aux procédés et dispositifs de caractérisation d'un fluide soumis à des contraintes.

Plus particulièrement, l'invention concerne un procédé et un dispositif de caractérisation d'un fluide des particules réfléchissant les ultrasons, que ce soit naturellement ou non. Dans ce dernier cas, il peut être fait appel à des agents de contraste acoustique. Dans ce procédé, on soumet à des contraintes, un échantillon du fluide placé entre deux surfaces dans un rhéomètre pour mesurer des caractéristiques rhéologiques de l'échantillon lors de la mise en mouvement relatif des deux surfaces l'une par rapport à l'autre.

Dans le domaine de la rhéologie classique, on utilise un rhéomètre pour mesurer le comportement de la déformation et de l'écoulement d'un fluide lorsqu'on lui impose une contrainte. Le rhéomètre mesure des caractéristiques rhéologiques globales de l'échantillon du fluide soumis à une contrainte déterminée par le rhéomètre, les caractéristiques rhéologiques globales correspondant à des données moyennées sur la taille de l'échantillon. Ces caractéristiques rhéologiques globales sont pertinentes pour les fluides qui présentent des déformations homogènes sur tout l'échantillon sous contraintes. Le rhéomètre se révèle donc être un outil performant pour l'étude des fluides dont l'écoulement est dit homogène, c'est-à-dire qui ont un comportement rhéologique identique dans tout l'échantillon.

Par contre, il se révèle être un outil incomplet pour la caractérisation de fluides qui ont un comportement rhéologique plus complexe, fluides présentant sous contraintes des déformations locales inhomogènes, telles

que du glissement aux parois, des fractures locales, des bandes de cisaillement...

Or, ces fluides complexes jouent un rôle très important dans de nombreux domaines de l'industrie comme  
5 l'alimentation, la chimie et les cosmétiques. Leur étude présente donc un grand intérêt industriel.

La présente invention a pour objectif notamment de pallier cet inconvénient de la rhéologie classique.

A cet effet, selon l'invention, un procédé du genre  
10 en question est essentiellement caractérisé en ce que l'on collecte en outre des données locales ultrasonores de déformation de l'échantillon par des moyens de mesure par ondes ultrasonores.

Grâce à cette disposition, le mouvement de  
15 l'échantillon du fluide peut être mesuré localement.

Cette invention, alliant mesures rhéologiques globales et locales, permet d'obtenir une description complète, à la fois spatiale et temporelle, d'un fluide sous contraintes.

20 Cette méthode non intrusive permet une étude rhéologique locale des fluides diffusant les ondes ultrasonores, ce qui comprend les fluides diffusant naturellement les ondes ultrasonores et les fluides ne diffusant pas naturellement les ondes ultrasonores mais  
25 auxquels on ajoute des agents de contraste acoustique, cet ajout ne perturbant pas l'étude. Ce procédé de rhéologie locale permet de s'affranchir de certaines contraintes liées aux méthodes optiques, déjà existantes, et décrites dans les documents « G. G. Fuller, J. M. Rallison, R. L. Schmidt, L.  
30 G. Leal, *J. Fluid Mech.*, 100 :555, 1980 » et « B. J. Ackerson, N. A. Clark, *J. Physique*, 42 :929, 1981 » qui ne peuvent pas être appliquées à des échantillons opaques ou diffusant très fortement la lumière. Grâce à ce procédé, la

gamme des fluides étudiés en rhéologie locale est étendue.

Dans des modes de réalisation préférés du procédé selon l'invention, on peut éventuellement avoir recours en outre à l'une et/ou à l'autre des dispositions suivantes :

5           - on collecte les données locales ultrasonores de déformation de l'échantillon en le sondant avec des ondes ultrasonores de fréquence centrale supérieure à 20 MHz ; plus les ondes ultrasonores sont de fréquences élevées, plus grande est la résolution spatiale des données locales ultrasonores de déformation ;

10           - le fonctionnement du rhéomètre fournit une référence temporelle pour la collecte des données locales ultrasonores relatives au déplacement de l'échantillon soumis aux contraintes induites par le rhéomètre, ce qui

15 permet la corrélation temporelle de données rhéologiques globales, moyennées sur la taille de l'échantillon et de données locales ultrasonores relatives au déplacement de l'échantillon soumis aux contraintes induites par le rhéomètre ;

20           - les données locales ultrasonores de déformation correspondent au déplacement d'une multitude de points selon un axe (Z), cette multitude de points formant un champ d'observation sensiblement continu, et le procédé comprend une étape d'observation au cours de laquelle :

25           . on émet dans l'échantillon successivement plusieurs impulsions ultrasonores, avec une fréquence de répétition de ces impulsions comprise entre 0 et 20 kHz,

          . on détecte des échos correspondant à chaque impulsion ultrasonore réfléchis par les particules

30 réfléchissantes de l'échantillon, et

          . on calcule localement des déplacements dans l'échantillon entre deux impulsions pour des points du champ d'observation, en utilisant une technique de corrélation

croisée des données locales ultrasonores ;

- une étape de calibration précède l'étape d'observation de déplacement de l'échantillon du fluide au moyen d'ondes ultrasonores, étape de calibration que l'on  
5 réalise selon un axe Z de tir et avec un échantillon de fluide (fluide simple newtonien) dont on connaît les données locales ultrasonores de déformation, et au cours de laquelle on calcule des facteurs de correction de mesures en ajustant les données locales théoriques de déformation connues de  
10 l'échantillon aux mesures des données locales de déformation collectées au moyen des ondes ultrasonores, ces facteurs de correction étant dus aux problèmes de réfraction aux surfaces de l'échantillon ; l'axe Z est déterminé expérimentalement en fonction de l'indice de réflexion de  
15 l'échantillon de manière à réduire la réflexion des ondes ultrasonores sur les parois du rhéomètre et optimiser un signal correspondant aux données collectées ;

- ladite étape d'observation réalisée sur l'échantillon sous contraintes est suivie d'une étape de  
20 visualisation d'image au cours de laquelle toutes les positions d'une multitude de points sur l'axe Z sont observées en fonction du temps, via l'amplitude de pression, sur une sonde de pression, des échos correspondant à chaque impulsion ultrasonore réfléchiée par les particules  
25 réfléchissantes de l'échantillon, cette amplitude pouvant être codée chromatiquement ;

- l'étape d'observation est suivie d'une étape de calcul de vitesse à partir des déplacements des points du champ d'observation à un instant donné, selon l'axe Z, puis  
30 on réitère cette étape de calcul plusieurs fois, et après avoir moyenné toutes les vitesses obtenues à chacun des points du champ d'observation, on détermine un profil de vitesse selon l'axe Z ;

- on détermine plusieurs profils de vitesse selon l'axe Z successivement à une fréquence comprise entre 0,1 Hz et 1 kHz ; étant donné qu'un profil de vitesse peut être ainsi réalisé en 1 ms à 10 secondes selon les conditions expérimentales et la précision souhaitée, la variation des profils de vitesse sur l'axe Z peut donc être étudiée avec une grande résolution temporelle ; une telle résolution temporelle permet de suivre la dynamique des fluides complexes sur des échelles de temps nettement plus courtes que d'autres techniques de mesure locale comme la diffusion de la lumière ou l'imagerie par résonance magnétique qui nécessitent des temps d'acquisition de l'ordre de la minute ;

- le champ d'observation s'étend au moins selon un plan comprenant un premier axe Z et un deuxième axe Y formant un angle quelconque avec ledit premier axe ;

- au cours de l'étape d'observation, on utilise une barrette de plusieurs transducteurs ultrasonores ( $T_1, \dots, T_n$ ) disposés selon au moins l'axe Z pour émettre les impulsions ultrasonores, et détecter les échos correspondant à chaque impulsion ultrasonore réfléchiée par les particules réfléchissantes de l'échantillon (8), afin de fournir une image des déplacements des points du champ d'observation à un instant  $t$  donné.

Par ailleurs, l'invention a également pour objet un dispositif, composé d'un rhéomètre pour appliquer, entre deux surfaces en mouvement relatif l'une par rapport à l'autre, des contraintes à un échantillon de fluide compris entre ces deux surfaces et pour mesurer des caractéristiques rhéologiques moyennées sur la taille de l'échantillon, **caractérisé** en ce qu'il comporte en outre un dispositif ultrasonore pour mesurer des déformations locales par des moyens de mesure par ondes ultrasonores, ce dispositif

ultrasonore comprenant :

- un générateur d'ondes ultrasonores pour émettre dans l'échantillon de telles ondes, selon une séquence de plusieurs tirs, et

5           - un récepteur d'ondes ultrasonores pour détecter les échos réfléchis par les particules réfléchissantes du fluide correspondant à chaque tir d'onde ultrasonore, ces échos étant utilisés pour suivre localement la déformation du fluide en fonction du temps.

10           Dans des modes de réalisation préférés du dispositif selon l'invention, on peut éventuellement avoir recours en outre aux dispositions suivantes :

- le générateur d'ondes ultrasonores du dispositif ultrasonore est caractérisé en ce qu'il émet des ondes

15 ultrasonores de fréquence supérieure à 20 MHz, et

- le rhéomètre comporte une cellule de Couette dont l'épaisseur est inférieure à 4 mm.

D'autres caractéristiques et avantages de l'invention apparaîtront au cours de la description suivante de plusieurs de ses formes de réalisation, données à titre d'exemples non limitatifs, en regard des dessins joints.

20

Sur les dessins :

- la figure 1 est une vue schématique d'un dispositif de caractérisation d'un fluide selon une forme de

25 réalisation de l'invention,

- la figure 2 est une vue schématique de dessus d'un arrangement relatif d'un dispositif ultrasonore et d'un rhéomètre à cellule de Couette selon la forme de réalisation de l'invention de la figure 1, dans laquelle l'épaisseur de

30 la paroi extérieure de la cellule de Couette du rhéomètre traversée par les ondes ultrasonores est localement réduite,

- la figure 3 est un signal des échos détectés dans une suspension diluée de billes de polystyrène, par le

récepteur d'un dispositif ultrasonore selon la forme de réalisation de l'invention de la figure 1,

- la figure 4 est une partie agrandie du signal représenté en figure 3, formé de deux signaux d'échos  
5 correspondant à deux impulsions successives séparées de 1 ms,

- la figure 5 représente une fonction de corrélation des deux signaux de la figure 4,

- la figure 6 représente des profils de vitesse  
10 mesurés, dans un fluide homogène correspondant à une suspension newtonienne de billes de polystyrène, selon la présente invention,

- la figure 7 représente 150 signaux d'échos successifs détectés lors de la mise en mouvement d'un  
15 organogel selon le procédé de l'invention,

- la figure 8 représente des signaux d'échos ultrasonores dans une émulsion concentrée soumise à une contrainte périodique oscillant à 1 Hz,

- la figure 9 représente des signaux d'échos  
20 ultrasonores dans une émulsion diluée soumise à une contrainte périodique oscillant à 1 Hz,

- la figure 10 représente des profils de vitesse mesurés dans un fluide inhomogène, présentant des bandes de cisaillement, selon la présente invention,

- la figure 11a représente le taux de cisaillement  
25 global enregistré par le rhéomètre au cours du temps,

- la figure 11b représente six profils de vitesse successifs enregistrés pendant un régime transitoire de contrainte représenté en figure 11a,

- la figure 12 montre des profils de vitesse mesurés  
30 selon la présente invention dans un organogel.

Le dispositif schématisé sur la figure 1 comporte un rhéomètre 1, un transducteur 2, un pulseur-récepteur 3 et

une carte d'acquisition 4 reliée à un micro- ordinateur 7. Le rhéomètre 1 est un appareil commercialisé par la société TA Instruments sous la référence AR 1000. Il comporte une cellule de Couette, composée de deux cylindres concentriques 5 et 6 de Plexiglas dont la hauteur est de 30 mm et entre lesquels se trouve un échantillon 8 de fluide. Selon l'échantillon étudié, l'intervalle entre les deux cylindres 5 et 6 est compris entre 0,5 mm et 1,1 mm. Le cylindre intérieur 5 forme un rotor dont la rotation est contrôlée par le rhéomètre. Il mesure en temps réel la déformation, la contrainte et le taux de cisaillement appliqués au fluide et permet d'enregistrer les caractéristiques rhéologiques globales de l'échantillon au cours du temps : module de cisaillement et de perte dans le régime des petites déformations, viscosité du fluide dans le régime des grandes déformations. Il est important de noter que la présente invention peut être adaptée à d'autres géométries de rhéomètre, telles que cone-plan ou plan-plan.

Le transducteur 2 est un transducteur piezo-polymère large bande commercialisé par la société Panametrics sous la référence PI 50-2. Il est placé face au cylindre extérieur 6 fixe (stator) à l'extérieur de la cellule de Couette comme indiqué sur la figure 2. Il travaille à la fois en émission et en réception. L'ensemble composé du transducteur 2 et de la cellule de Couette 5, 6 est placé dans une cuve rectangulaire (20 cm de long et 12 cm de large) fixée sur la base du rhéomètre 1 et dans laquelle circule de l'eau distillée dont la température est contrôlée à  $\pm 0,1^{\circ}\text{C}$ .

La figure 2 montre un arrangement relatif du transducteur 2 et de la cellule de Couette, vu de dessus. Le faisceau ultrasonore est focalisé dans l'échantillon 8 de fluide sensiblement au milieu de la distance séparant les cylindres 5 et 6. L'axe du faisceau est repéré par la



direction Z, qui présente un angle  $\theta$  d'incidence par rapport à la direction radiale X du rotor 5 et du stator 6.

Afin de minimiser l'épaisseur de la surface de la cellule de Couette traversée par les ondes ultrasonores, une  
5 fenêtré rectangulaire 9 est réalisée dans le stator 6. L'atténuation introduite par la traversée du stator est de ce fait réduite.

Des impulsions ultrasonores haute fréquence sont émises par le transducteur 2 grâce au pulseur à large bande  
10 3.

Dans une forme de réalisation de la présente invention, la fréquence de ces ondes ultrasonores est centrée autour de 36 MHz et leur émission correspond à un tir d'une durée typique de 0.1 microseconde. La résolution  
15 spatiale obtenue est de l'ordre de 40 micromètres. La résolution spatiale de ce procédé peut être augmentée en utilisant des ondes ultrasonores de plus haute fréquence à condition que l'absorption ultrasonore, qui augmente avec la fréquence, ne réduise pas trop le rapport signal sur bruit  
20 de l'expérience.

Ces ondes ultrasonores se propagent dans l'eau de la cuve thermostatée, à travers le stator 6 avant de pénétrer l'échantillon 8.

Après l'émission ou tir d'une impulsion, le pulseur  
25 3 reçoit puis filtre et amplifie les échos diffusés par l'échantillon et captés par le transducteur 2. Le signal de sortie du pulseur 3 est alors envoyé sur la carte d'acquisition 4 installée dans le micro-ordinateur 7 qui stocke les données sur un disque dur.

30 La figure 3 montre un exemple de signal enregistré dans une suspension diluée de billes de polystyrène dont le diamètre est compris entre 3 et 10 micromètres. Elle représente un ensemble complexe d'échos ultrasonores

résultant des interférences des ondes diffusées par le milieu.

En régime de diffusion simple, quand les diffuseurs sont petits devant la longueur d'onde des ultrasons et le libre parcours moyen des ondes ultrasonores grand devant la  
5 taille de l'échantillon, le temps d'arrivée  $t$  d'un écho correspond à la position  $z$ , repérée sur l'axe  $Z$  du faisceau des diffuseurs donnant naissance à cet écho, par la seule relation :

10  $z = c_0 \cdot t / 2$ , où  $c_0$  est la vitesse de propagation des ultrasons dans l'échantillon et le facteur  $\frac{1}{2}$  traduit l'aller et retour entre le transducteur et le diffuseur. Cette relation entre le temps d'arrivée  $t$  des échos et la position des diffuseurs est à la base de toute mesure échographique  
15 et donc à la base de la présente invention.

A présent, le dispositif et le principe de base de cette invention sont exposés dans une des formes possibles de réalisation.

Les sections suivantes s'attacheront à décrire plus  
20 en détails le traitement des données collectées, puis les résultats déjà obtenus par application d'une forme possible du procédé et du dispositif selon la présente invention.

Conformément au procédé selon l'invention, on soumet l'échantillon 8 à des contraintes grâce au rhéomètre 1 et on  
25 collecte des données locales ultrasonores de déformation de l'échantillon 8 grâce à l'ensemble constitué du transducteur 2, du pulseur-récepteur 3 et de la carte d'acquisition 4 reliée au micro-ordinateur 7.

Ainsi, on émet des impulsions ultrasonores et on en  
30 détecte les échos. La figure 4 est un agrandissement d'une partie de la figure 3. Les signaux A et B de la figure 4 représentent deux échos correspondant respectivement à deux impulsions ultrasonores successives séparées de 1 ms et

détectées au moyen du transducteur 2. L'épaisseur de l'échantillon étant inférieure à 4 mm, cela permet de supposer que le mouvement des diffuseurs est gelé durant la propagation des ondes ultrasonores. En effet, la propagation des ultrasons à travers 1 mm d'échantillon dure environ 2 microsecondes, intervalle de temps suffisamment court pendant lequel on peut considérer que les positions relatives des diffuseurs sont inchangées.

La Figure 4 montre que pour une fréquence de répétition des impulsions sensiblement égale à 1 kHz, on peut facilement mesurer le décalage temporel  $dt$ , entre deux impulsions successives représentées respectivement par le signal A et le signal B, sur une partie de ces signaux.

Mathématiquement, le traitement de données consiste à découper deux signaux d'échos successifs en petites fenêtres correspondant chacune à une position  $z$  différente le long de l'axe du faisceau ultrasonore. La Figure 4 montre l'une de ces petites fenêtres, dont la position est repérée par un rectangle en pointillés sur le signal complet de la Figure 3. Pour chaque fenêtre, les deux morceaux de signaux successifs sont intercorrélés et l'on estime le décalage temporel  $dt$  entre ces deux signaux en calculant la position du maximum de la fonction de corrélation après une interpolation parabolique au voisinage de ce maximum comme le montre la figure 5. Des exemples de tels calculs de corrélation sont donnés dans l'état de la technique, notamment par O'Donnell et al. (« Internal displacement and strain imaging using speckle tracking », IEEE transactions on ultrasonic, ferroelectrics, and frequency control, vol. 41, n°3, mai 1994, p. 314-325).

Pour une fenêtre située autour de  $t$ , on en déduit alors le déplacement  $dz = c_0 * dt / 2$  d'un point de l'échantillon à la position  $z = c_0 * t / 2$  correspondante. On récupère ainsi

une mesure locale du déplacement  $dz$  dans l'échantillon en fonction de  $z$  entre les deux impulsions.

De manière complémentaire aux opérations décrites ci-dessus, on procède à une étape de calcul de vitesse à partir des mesures locales des déplacements des points du champ d'observation à un instant donné, selon l'axe  $Z$ . On réitère cette étape de calcul plusieurs fois, et après avoir moyenné toutes les vitesses obtenues à chacun des points du champ d'observation, on détermine un profil de vitesse selon l'axe  $Z$ .

La vitesse en un point donnée est calculée en trois étapes.

La première étape correspond au calcul du déplacement des points du champ d'observation comme exposé précédemment et grâce auquel on obtient  $dz$ .

La deuxième étape consiste à diviser  $dz$  par le temps séparant deux impulsions successives,  $T$ , soit :  $v_z(z) = dz/T$ . La fréquence de répétition des impulsions ultrasonores correspond à  $1/T$ . Enfin, si on suppose que le champ de vitesse est purement orthoradial, il est aisé de passer de la vitesse  $v_z(z)$  projetée selon l'axe  $Z$  à la vitesse orthoradiale  $v(x)$  connaissant l'angle  $\theta$  entre l'axe des ultrasons  $Z$  et la direction  $X$ .

En théorie, deux impulsions successives suffisent à déterminer le déplacement de l'échantillon en fonction de  $z$ . En pratique, le signal d'échos ultrasonore n'est jamais parfaitement homogène dans tout l'échantillon et il est nécessaire de moyenner les résultats obtenus sur 20 à 1000 tirs d'ondes ultrasonores pour obtenir une mesure de vitesse fiable pour une position donnée. Ainsi avec une fréquence de tirs de l'ordre du kHz, on obtient un profil de vitesse en 0.02 à 2 secondes, alors que l'obtention de profils de vitesse par un procédé et un dispositif optiques tels que

mentionnés ci-dessus est de l'ordre de la minute. Plus généralement, selon les conditions expérimentales et la précision souhaitée, un profil de vitesse peut être obtenu en 1 milliseconde à 10 secondes.

5            Afin de calibrer le dispositif, une étape de calibration est réalisée avec un échantillon de fluide homogène.

10            La figure 6 montre des profils de vitesse d'un fluide homogène, enregistrés pour différents taux de cisaillement imposés par le rhéomètre 1. Les profils de vitesse décroissent linéairement depuis le rotor 5 (en  $x=0$ ) jusqu'au stator 6 (en  $x=1.1$  mm) où la vitesse est nulle, car le fluide étudié est homogène (fluide newtonien). Ces mesures permettent de calibrer le dispositif en corrélation  
15            avec les paramètres géométriques liés à l'arrangement relatif du faisceau ultrasonore et de la cellule de Couette : position du transducteur 2 par rapport au rotor 5 et au stator 6, angle  $\theta$  d'incidence des ultrasons.

Cette calibration permet de détecter :

20            - l'angle  $\theta$  correspondant à l'angle d'incidence des ultrasons,

- un facteur de correction angulaire, et

- un facteur de correction des distances.

25            Après calibration, la collecte des données locales ultrasonores de déformation est réalisée pour un échantillon quelconque.

30            La collecte de données locales ultrasonores de déformation de cet échantillon sous contraintes est suivie d'une étape de visualisation d'image au cours de laquelle les positions d'une multitude de points sur l'axe Z sont observées en fonction du temps, l'amplitude de la pression détectée par le transducteur 2 pour les échos correspondant à chaque impulsion ultrasonore réfléchiée par les particules

réfléchissantes de l'échantillon pouvant être codée chromatiquement, comme le montre la figure 7.

En effet, la figure 7 présente 150 signaux d'échos successifs enregistrés lors de la mise en mouvement d'un organogel à base de toluène dans un rhéomètre dont l'épaisseur entre les deux cylindres 5 et 6 est de 0,5 mm. L'amplitude des signaux des échos, codée en gris, est représentée en fonction de la profondeur de pénétration des ultrasons dans l'échantillon 8. Les lignes noires correspondent à la position des particules réfléchissantes constituant l'organogel. Dans ce cas les particules assurant la cohésion du gel ont la forme de bâtonnets d'environ 10 micromètres de diamètre pour 100 micromètres de long et diffusent suffisamment les ultrasons naturellement. L'axe des abscisses  $z$  correspond à l'axe  $Z$  de propagation des ultrasons. L'axe des ordonnées  $t$  indique l'instant auquel a eu lieu l'impulsion ultrasonore. On peut facilement lire que le mouvement démarre à  $t=15$  s. Les échos fixes au voisinage du stator, surface fixe du rhéomètre, indiquent la présence d'une zone gelée alors que des phénomènes spatio-temporels complexes (réseau de fractures instationnaires) semblent se produire dans le reste de la cellule pour  $t>15$  s.

La figure 8 et la figure 9 présentent des signaux des échos ultrasonores enregistrés lors de la mise en mouvement d'émulsions dans un rhéomètre 1, dans lequel l'épaisseur entre les deux cylindres 5 et 6 est de 1.1 mm. L'axe des abscisses  $Z$  correspond à l'axe de propagation des ondes ultrasonores. L'axe des ordonnées indique l'instant auquel ont eu lieu les impulsions ultrasonores. Dans le cas des émulsions, la présence de petites gouttes d'huile aux propriétés acoustiques différentes du fluide environnant conduit aussi à un signal d'écho ultrasonore.

La figure 8 montre les résultats obtenus pour une

émulsion concentrée, pour laquelle le mouvement du signal d'écho est périodique, comme pour un solide élastique, quelle que soit la profondeur  $z$ .

La figure 9 montre les résultats obtenus pour une émulsion diluée, qui continue à s'écouler après l'arrêt des oscillations (pour  $t > 2$  s).

L'acquisition et la visualisation dans le temps des signaux d'échos successifs permettent de visualiser les phénomènes rhéologiques se produisant dans l'échantillon confiné dans une épaisseur sensiblement égale à 1 millimètre.

De manière complémentaire aux images obtenues comme indiquées ci-dessus, il est possible grâce au dispositif et procédé selon l'invention, de déterminer des profils de vitesse de la manière déjà exposée ci-dessus. Ainsi la figure 10 présente des profils de vitesse obtenus avec le dispositif et le procédé selon l'invention dans un fluide complexe : une phase lamellaire lyotrope (mélange d'eau salée à 20 g/L, d'octanol à 78% en masse et de SDS (surfactant) à 6,5% en masse) où l'on a ajouté 1 % en masse de billes de polystyrène. Ce type d'expérience permet d'étudier en particulier le phénomène de glissement aux parois. Le glissement aux parois est un problème récurrent en rhéologie et pour l'industrie. L'écoulement est inhomogène avec une région fortement cisailée près du rotor qui envahit progressivement toute la cellule lorsqu'on augmente la vitesse  $v_0$  du rotor. L'insert de la figure 10 montre les données normalisées par la vitesse du rotor  $v_0$  et l'épaisseur  $e$  de la cellule. Dans la gamme de température et de cisaillement étudiée, les profils de vitesse  $v$  présentent un glissement important aux parois (de l'ordre de 20 à 30 % de la vitesse  $v_0$  du rotor). La présente invention permet donc une mesure directe du glissement dans les fluides

complexes.

Les figures 11a et 11b illustrent la capacité du dispositif décrit ci-dessus, à mesurer simultanément et selon une même référence temporelle des grandeurs  
5 rhéologiques et des profils de vitesse, car le fonctionnement du rhéomètre fournit une référence temporelle pour la collecte des données locales ultrasonores relatives au déplacement de l'échantillon soumis aux contraintes induites par le rhéomètre.

10 La figure 11b présente six profils de vitesse successifs enregistrés pendant un régime transitoire où la contrainte appliquée à l'échantillon est subitement augmentée et dont la signature rhéologique est présentée en figure 11a : vitesse  $v_0$  du rotor mesurée au cours du temps  
15 par le rhéomètre. Le dispositif et le procédé de la présente invention permettent de mettre en évidence l'existence d'un écoulement inhomogène avec trois zones de cisaillements différents et des effets de glissement fortement instationnaires au cours du régime transitoire. Les  
20 différentes bandes de cisaillements coexistent puis disparaissent au cours du régime transitoire.

De telles mesures locales sont impossibles avec un rhéomètre classique.

Pour ces mesures, chaque profil de vitesse est  
25 obtenu en 1,6 s. Plus généralement, selon les conditions expérimentales et la précision souhaitée, un profil de vitesse peut être obtenu en 1 milliseconde à 10 secondes. La présente invention permet donc une étude de caractérisation de fluide dynamique avec une grande résolution temporelle.

30 La figure 12 présente des mesures réalisées sur l'organogel à base de toluène déjà décrit pour la figure 7. Les profils de vitesse dans une cellule de Couette dont l'épaisseur entre les cylindres 5 et 6 est de 0,5 mm



montrent la coexistence d'une zone qui ne coule pas près du stator 6 et d'une zone cisailée dans le reste de la cellule.

5 Les barres d'erreur C montrent la dispersion des données liée à la présence de fractures et phénomènes fortement instationnaires au milieu du gel.

REVENDICATIONS

1. Procédé de caractérisation d'un fluide contenant des particules réfléchissant les ultrasons dans lequel on  
5 soumet à des contraintes un échantillon du fluide placé entre deux surfaces (5,6) dans un rhéomètre (1) pour mesurer des caractéristiques rhéologiques de l'échantillon (8) lors de la mise en mouvement relatif des deux surfaces (5,6) l'une par rapport à l'autre, **caractérisé en ce que** l'on  
10 collecte en outre des données locales ultrasonores de déformations de l'échantillon (8) par des moyens de mesure par ondes ultrasonores (2,3,4).

2. Procédé selon la revendication 1, dans lequel on collecte les données locales ultrasonores de déformation de  
15 l'échantillon (8) en le sondant avec des ondes ultrasonores de fréquence supérieure à 20 MHz.

3. Procédé selon l'une des revendications précédentes, dans lequel le fonctionnement du rhéomètre (1) fournit une référence temporelle pour la collecte des  
20 données locales ultrasonores relatives au déplacement de l'échantillon (8) soumis aux contraintes induites par le rhéomètre (1).

4. Procédé selon l'une des revendications précédentes, dans lequel les données locales ultrasonores de  
25 déformation correspondent au déplacement d'une multitude de points selon un axe Z, cette multitude de points formant un champ d'observation sensiblement continu, ce procédé comprenant une étape d'observation au cours de laquelle :

- on émet dans l'échantillon (8) successivement  
30 plusieurs impulsions ultrasonores, avec une fréquence de répétition de ces impulsions comprise entre 0 et 20 kHz,
- on détecte des échos correspondant à chaque impulsion ultrasonore réfléchiée par les particules

réfléchissantes de l'échantillon (8), et

- on calcule localement des déplacements dans l'échantillon (8) entre deux impulsions pour des points du champ d'observation, en utilisant une technique de  
5 corrélation croisée des données locales ultrasonores.

5. Procédé selon la revendication 4, dans lequel une étape de calibration précède l'étape d'observation de déplacement de l'échantillon du fluide au moyen d'ondes ultrasonores, étape de calibration que l'on réalise avec un  
10 échantillon de fluide dont on connaît les données locales théoriques de déformation et selon un axe Z de tir fixé arbitrairement, et au cours de laquelle on calcule des facteurs de correction de mesures en ajustant les données locales théoriques de déformation connues de l'échantillon  
15 aux mesures des données locales de déformation collectées au moyen des ondes ultrasonores.

6. Procédé selon la revendication 4 ou 5, dans lequel ladite étape d'observation est suivie d'une étape de visualisation d'image au cours de laquelle toutes les  
20 positions d'une multitude de points sur l'axe Z sont observées en fonction du temps, via l'amplitude de pression sur une sonde de pression (2) des échos correspondant à chaque impulsion ultrasonore réfléchie par les particules réfléchissantes de l'échantillon, cette amplitude pouvant  
25 être codée chromatiquement.

7. Procédé selon la revendication 4, 5 ou 6, dans lequel ladite étape d'observation est suivie d'une étape de calcul de vitesse à partir desdits déplacements des points du champ d'observation à un instant donné, selon l'axe Z,  
30 puis on réitère ce calcul plusieurs fois, et après avoir moyenné toutes les vitesses obtenues à chacun des points du champ d'observation, on détermine un profil de vitesse selon l'axe Z.

8. Procédé selon la revendication 7, dans lequel on détermine plusieurs profils de vitesse selon l'axe Z successivement et à une fréquence comprise entre 0,1 Hz et 1 kHz.

5 9. Procédé selon la revendication 4, 5, 6, 7 ou 8, dans lequel le champ d'observation s'étend au moins selon un plan comprenant un premier axe Z et un deuxième axe Y formant un angle quelconque avec ledit premier axe.

10 10. Procédé selon la revendication 4, 5, 6, 7, 8 ou 9, dans lequel au cours de ladite étape d'observation, on utilise une barrette de plusieurs transducteurs ultrasonores (T1,..., Tn) disposés selon au moins l'axe Z pour émettre les impulsions ultrasonores, et détecter les échos correspondant à chaque impulsion ultrasonore réfléchiée par les particules  
15 réfléchissantes de l'échantillon (8), afin de fournir une image des déplacements des points du champ d'observation à un instant t donné.

11. Dispositif de caractérisation d'un fluide, composé d'un rhéomètre (1) pour appliquer entre deux  
20 surfaces (5,6) en mouvement relatif l'une par rapport à l'autre des contraintes à un échantillon (8) du fluide compris entre ces deux surfaces (5,6) et pour mesurer des caractéristiques rhéologiques moyennées sur la taille de l'échantillon (8), **caractérisé** en ce qu'il comporte en outre  
25 un dispositif ultrasonore (2,3,4) pour mesurer des déformations locales par des moyens de mesure par ondes ultrasonores, ce dispositif ultrasonore comprenant :

- un générateur d'ondes ultrasonores (2,3) pour émettre dans l'échantillon de telles ondes, selon une  
30 séquence de plusieurs tirs, et

- un récepteur d'ondes ultrasonores (3) pour détecter les échos réfléchis par les particules réfléchissantes du fluide correspondant à chaque tir d'onde

ultrasonore, ces échos étant utilisés pour suivre localement la déformation du fluide en fonction du temps.

12. Dispositif selon la revendication 11, dans lequel le générateur d'ondes ultrasonores (3) du dispositif  
5 ultrasonore émet des ondes ultrasonores de fréquence centrale supérieure à 20 MHz.

13. Dispositif selon l'une des revendications 11 ou 12, dans lequel ledit rhéomètre comprend une cellule de Couette d'épaisseur inférieure à 4 mm.

10 14. Dispositif selon l'une des revendications 11, 12 ou 13, dans lequel le dispositif ultrasonore inclue une barrette de plusieurs transducteurs ultrasonores ( $T_1, \dots, T_n$ ) disposés selon au moins l'axe Z pour émettre les impulsions ultrasonores, et détecter les échos correspondant à chaque  
15 impulsion ultrasonore réfléchiée par les particules réfléchissantes de l'échantillon (8), afin de fournir une image des déplacements des points du champ d'observation à un instant t donné.

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

1/4

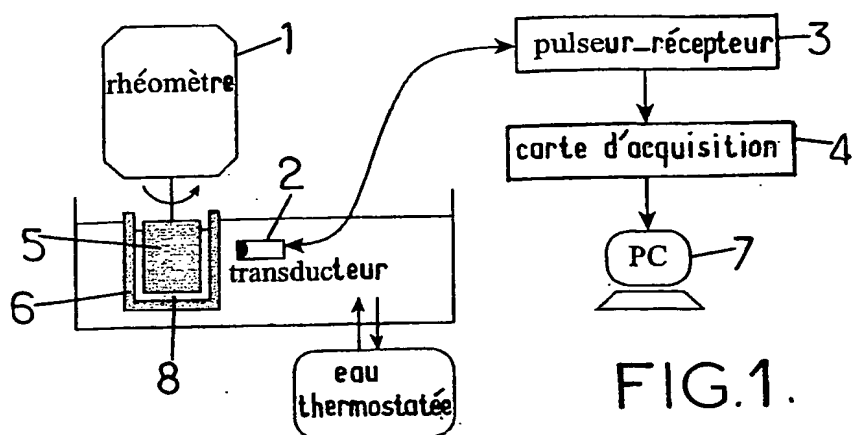


FIG.1.

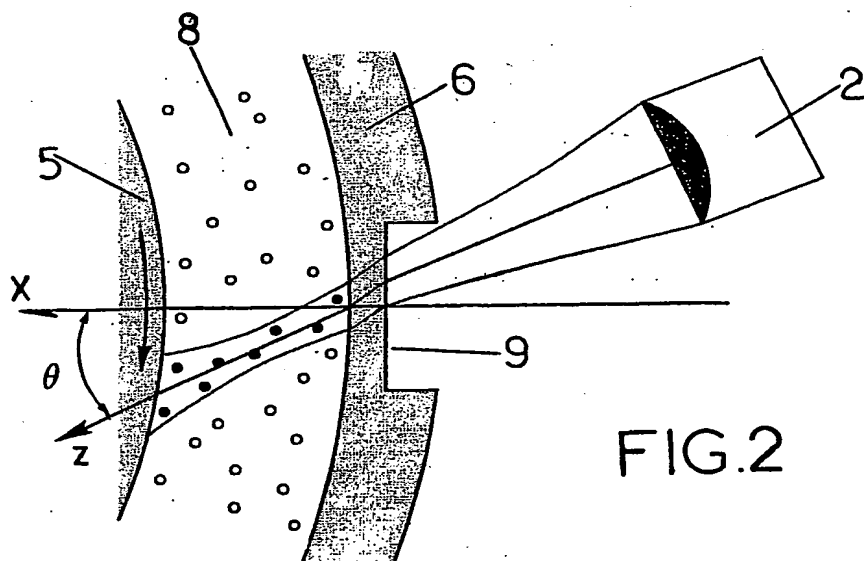


FIG.2

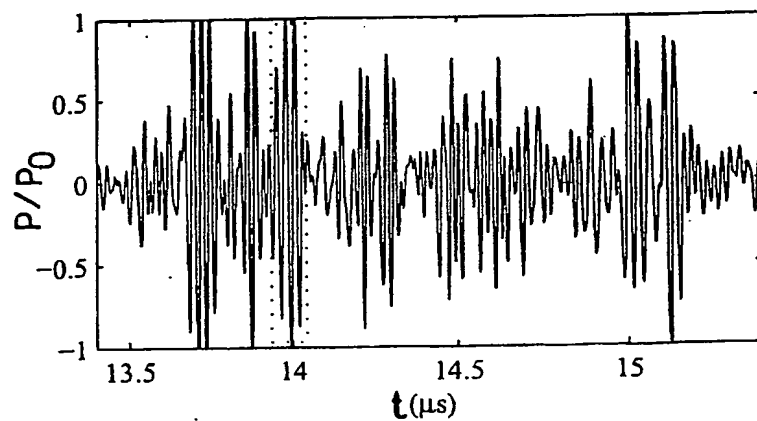


FIG.3.

**THIS PAGE BLANK (USPTO**



2/4

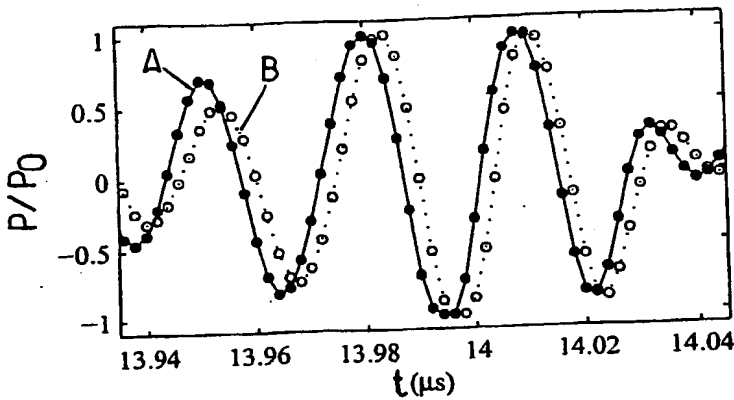


FIG. 4.

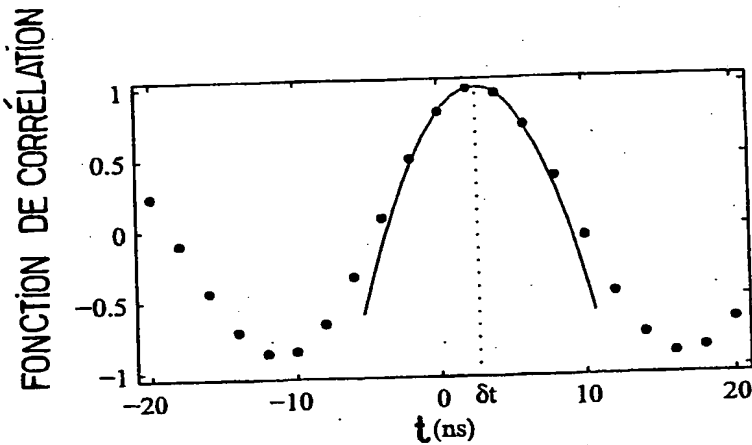


FIG. 5.

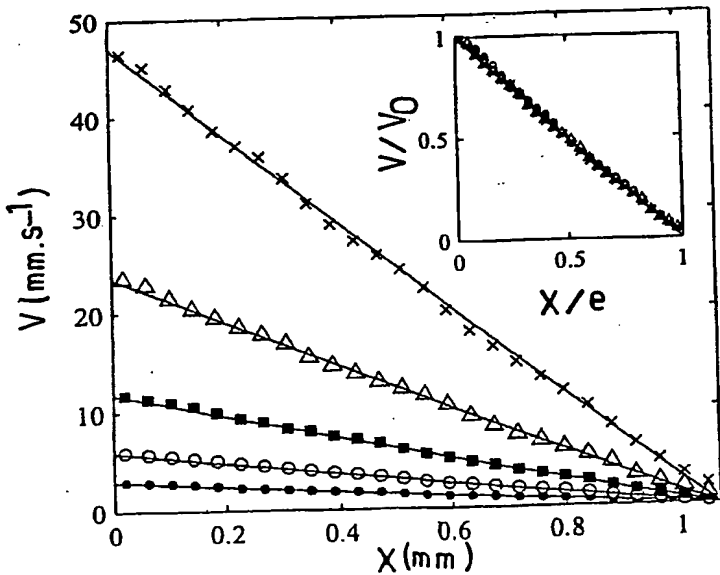


FIG. 6.

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

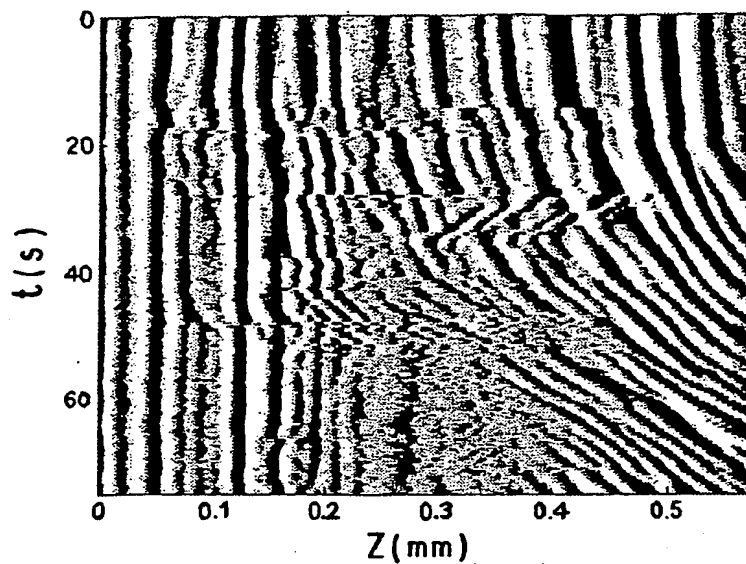


FIG. 7.

FIG. 8.

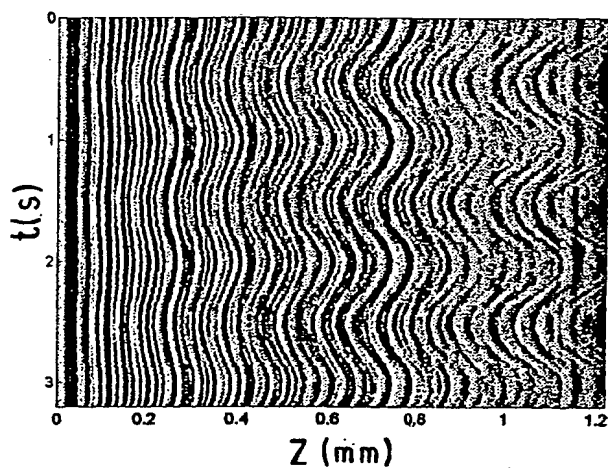


FIG. 9.

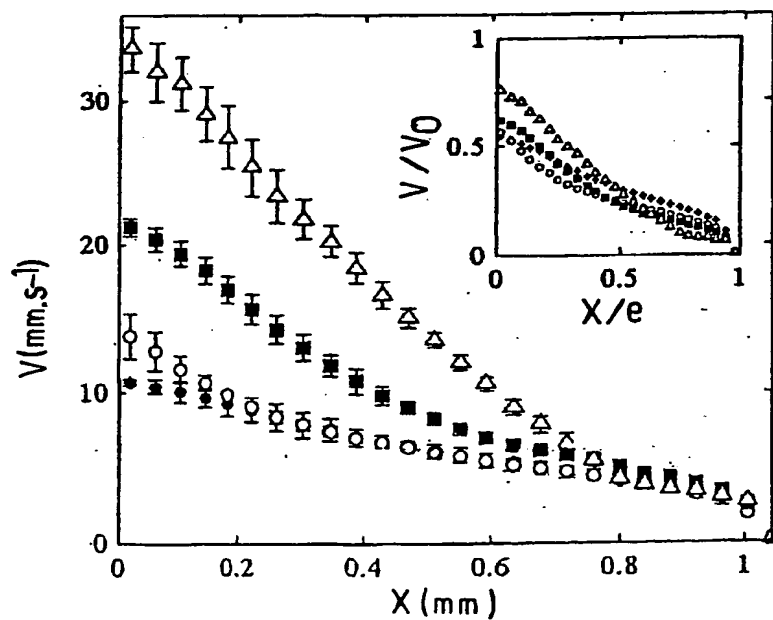
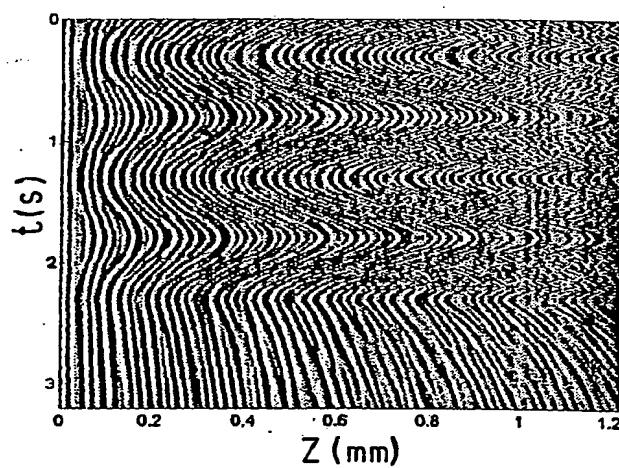
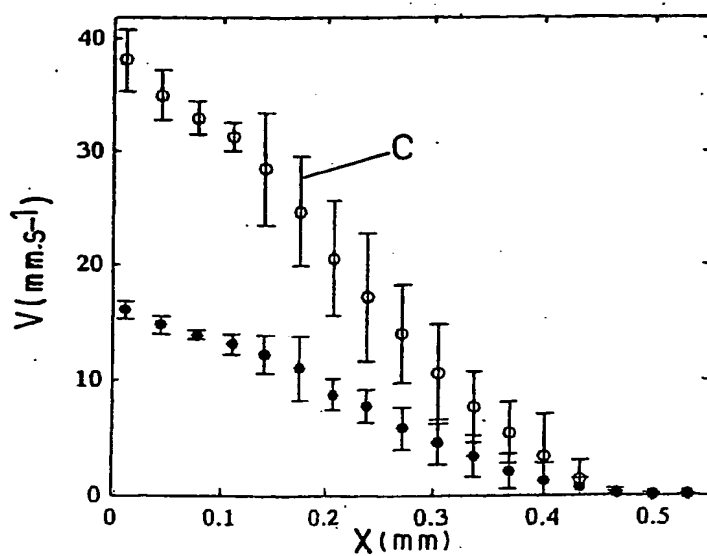
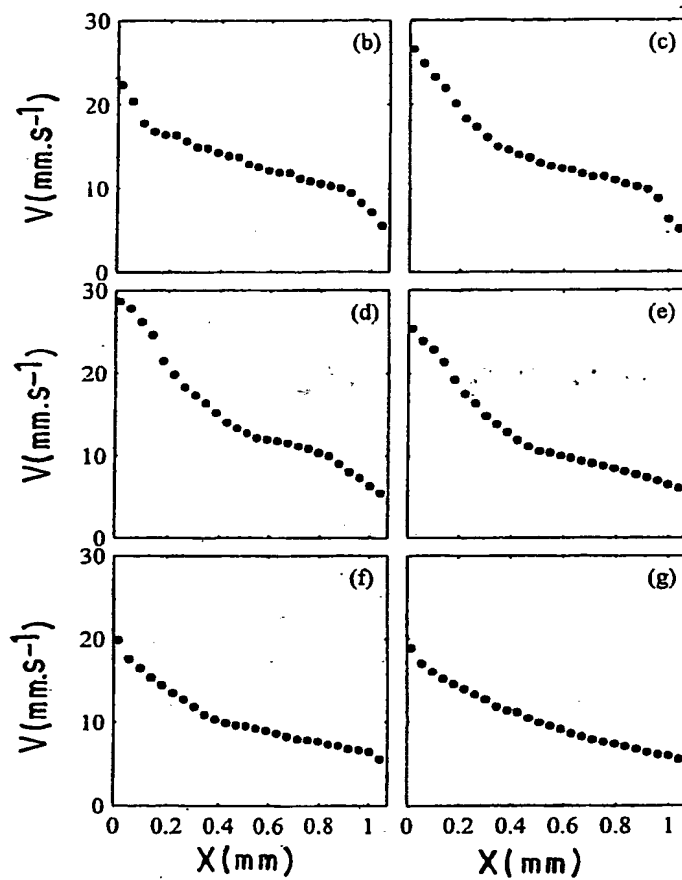
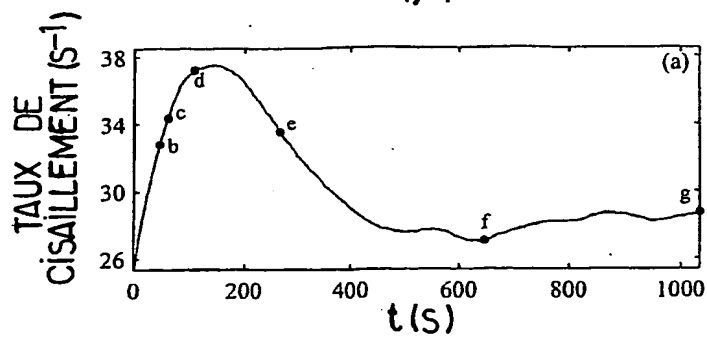


FIG. 10.

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

4/4



**THIS PAGE BLANK**

# RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demande Internationale No

PCT/FR2004/002624

## A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE

CIB 7 G01N11/14

Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB

## B. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTE

Documentation minimale consultée (système de classification suivi des symboles de classement)

CIB 7 G01N

Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où ces documents relèvent des domaines sur lesquels a porté la recherche

Base de données électronique consultée au cours de la recherche internationale (nom de la base de données, et si réalisable, termes de recherche utilisés)

EPO-Internal, WPI Data

## C. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie *	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
Y	US 6 535 796 B1 (SIERRO PHILIPPE ET AL) 18 mars 2003 (2003-03-18) colonne 10, ligne 18 - ligne 22; revendications 1,2; figures 1,2	1,4,7, 11,13
Y	US 6 378 357 B1 (HAN WEI ET AL) 30 avril 2002 (2002-04-30)	1,11,13
Y	revendication 10	1,11
A	colonne 7, ligne 13	2
Y	colonne 7, ligne 56 - ligne 64	4
Y	colonne 8, ligne 5-7	7
A	US 4 441 358 A (OSBORNE ROBERT L) 10 avril 1984 (1984-04-10) colonne 2, ligne 15 - ligne 26 colonne 2, ligne 33 - ligne 52	1,11
	-/-	

☒ Voir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents

☒ Les documents de familles de brevets sont indiqués en annexe

### \* Catégories spéciales de documents cités:

- \*A\* document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent
- \*E\* document antérieur, mais publié à la date de dépôt international ou après cette date
- \*L\* document pouvant jeter un doute sur une revendication de priorité ou cité pour déterminer la date de publication d'une autre citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquée)
- \*O\* document se référant à une divulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens
- \*P\* document publié avant la date de dépôt international, mais postérieurement à la date de priorité revendiquée

- \*T\* document ultérieur publié après la date de dépôt international ou la date de priorité et n'appartenant pas à l'état de la technique pertinent, mais cité pour comprendre le principe ou la théorie constituant la base de l'invention
- \*X\* document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré isolément
- \*Y\* document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier
- \*Z\* document qui fait partie de la même famille de brevets

Date à laquelle la recherche internationale a été effectivement achevée

1 avril 2005

Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale

12/04/2005

Nom et adresse postale de l'administration chargée de la recherche internationale

Office Européen des Brevets, P.B. 5818 Patentlaan 2  
NL - 2280 HV Rijswijk  
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,  
Fax: (+31-70) 340-3016

Fonctionnaire autorisé

Kouzelis, D

# RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demande Internationale No  
PCT/FR2004/002624

## C.(suite) DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
A	<p>US 4 862 384 A (BUJARD MARTIAL R ET AL)  29 août 1989 (1989-08-29)  abrégé</p> <p>-----</p>	1,11



# RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Renseignements relatifs aux membres de familles de brevets

Demande Internationale No

PCT/FR2004/002624

Document brevet cité au rapport de recherche		Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
US 6535796	B1	18-03-2003	FR 2772129 A1	11-06-1999
			DE 69824315 D1	08-07-2004
			EP 1044358 A1	18-10-2000
			WO 9930129 A1	17-06-1999
US 6378357	B1	30-04-2002	AU 4027401 A	24-09-2001
			WO 0169231 A1	20-09-2001
US 4441358	A	10-04-1984	AUCUN	
US 4862384	A	29-08-1989	AUCUN	

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☒ FADED TEXT OR DRAWING
- ☒ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☒ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☒ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**